



日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年10月13日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-313956

出 願 人

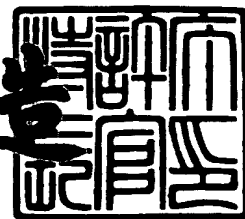
Applicant(s):

旭硝子株式会社

2001年 9月27日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3088609

【書類名】 特許願

【整理番号】 20000473

【提出日】 平成12年10月13日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C04B 35/66

【発明者】

    【住所又は居所】 神奈川県横浜市神奈川区羽沢町 1 1 5 0 番地 旭硝子株式会社内

    【氏名】 宮川 直通

【特許出願人】

    【識別番号】 000000044

    【氏名又は名称】 旭硝子株式会社

    【代表者】 石津 進也

    【電話番号】 03-3218-5645

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 042619

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】明細書

【発明の名称】窒化ケイ素フィルタの製造法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

平均粒子直径が  $1 \sim 30 \mu\text{m}$  である窒化ケイ素粒子  $45 \sim 85$  質量%と、金属酸化物中空粒子  $10 \sim 50$  質量%と、金属酸化物中実粒子  $0.1 \sim 5$  質量%とを含み、かつ前記窒化ケイ素粒子と前記金属酸化物中空粒子と前記金属酸化物中実粒子との合量が  $90$  質量%以上である成形体を窒素中で熱処理することにより実質的に窒化ケイ素からなる多孔質体とする窒化ケイ素フィルタの製造法。

【請求項 2】

前記金属酸化物中空粒子の平均粒子直径が  $30 \sim 200 \mu\text{m}$  である請求項 1 記載の窒化ケイ素フィルタの製造法。

【請求項 3】

前記金属酸化物中空粒子が Al および/または Si の酸化物を主成分とする請求項 1 または 2 記載の窒化ケイ素フィルタの製造法。

【請求項 4】

前記金属酸化物中実粒子が Al、Ca、Sr、Ba、Y、Mg および Yb からなる群から選ばれる 1 種以上の金属の酸化物を主成分とする請求項 1、2 または 3 記載の窒化ケイ素フィルタの製造法。

【請求項 5】

前記多孔質体の気孔率が  $30 \sim 80\%$  である請求項 1、2、3 または 4 記載の窒化ケイ素フィルタの製造法。

【請求項 6】

前記多孔質体の水銀圧入法で測定される平均細孔直径が  $5 \sim 40 \mu\text{m}$  である請求項 1 ～ 5 のいずれか記載の窒化ケイ素フィルタの製造法。

【請求項 7】

前記熱処理条件が、成形体を窒素雰囲気中で温度  $1600 \sim 1800^\circ\text{C}$  の範囲で  $1 \sim 12$  時間保持して熱処理を行うものである請求項 1 ～ 6 のいずれか記載の窒化ケイ素フィルタの製造法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、高温排気ガス中に含まれる粉塵等を除去するために好適な窒化ケイ素フィルタの製造法に関する。

【0002】

【従来技術】

窒化ケイ素は、耐熱性、耐食性、耐薬品性、強度等に優れた特性を有しており、高温や腐食性環境下での集塵、脱塵用フィルタやディーゼルエンジンの排ガス浄化フィルタとして期待されている。このような窒化ケイ素フィルタの製造法がいくつか提案されている。

【0003】

例えば、特開平6-256069には、粗粒の窒化ケイ素粒子とガラス粒子を混合後、成形、焼成する方法が提案されている。しかし、このような低融点物質を結合剤として添加する方法では窒化ケイ素の持つ耐熱性を大きく損なうおそれがある。また、特開平7-187845、特開平8-59364には、それぞれ、窒化ケイ素粒子と有機ケイ素化合物の混合物、窒化ケイ素粒子とポリシラザンの混合物を出発原料とし、同様に成形体を焼成する方法が提案されている。しかし、ポリシラザンのような有機ケイ素化合物は一般に高価であるため、これらを使用する方法は、製造原価、原料の入手しやすさなどの点で問題がある。

【0004】

一方、窒化ケイ素粒子のかわりに金属ケイ素粒子を使用し、窒化処理を行うことによって窒化ケイ素フィルタを得る方法として、特開平1-188479には、金属ケイ素粒子と窒化ケイ素粒子からなる混合粉体を出発原料とし、窒化ケイ素粒子の窒化率が50%以下の多孔体を得る方法が提案されている。しかし、この方法では、金属ケイ素粒子の窒化率が50%以下であるため、窒化されずに窒化ケイ素焼結体に残留する金属ケイ素粒子が多く、窒化ケイ素の持つ優れた耐熱性、耐食性を損なうおそれがある。

【0005】

## 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、窒化ケイ素粒子を出発原料とし、しかも強度が高く、除塵、脱塵に最適な窒化ケイ素フィルタの製造法の提供を目的とする。

## 【0 0 0 6】

## 【課題を解決するための手段】

本発明は、平均粒子直径が $1 \sim 30 \mu\text{m}$ である窒化ケイ素粒子 $45 \sim 85$ 質量%と、金属酸化物中空粒子 $10 \sim 50$ 質量%と、金属酸化物中実粒子 $0.1 \sim 5$ 質量%とを含み、かつ前記窒化ケイ素粒子と前記金属酸化物中空粒子と前記金属酸化物中実粒子との合量が $90$ 質量%以上である成形体を窒素中で熱処理することにより実質的に窒化ケイ素からなる多孔質体とする窒化ケイ素フィルタの製造法を提供する。

## 【0 0 0 7】

## 【発明の実施の形態】

本発明の窒化ケイ素フィルタの製造法（以下、本製造法という）では、金属酸化物中空粒子 $10 \sim 50$ 質量%（以下、単に%という）と、金属酸化物中実粒子 $0.1 \sim 5\%$ と、平均粒子直径が $1 \sim 30 \mu\text{m}$ の窒化ケイ素粒子 $45 \sim 85\%$ とを含み、かつ前記金属酸化物中空粒子と前記金属中実粒子と前記窒化ケイ素粒子との合量が $90\%$ 以上である成形体を使用する。

## 【0 0 0 8】

金属酸化物中空粒子（以下、単に中空粒子という）としては、熱処理時に気孔を形成するものであればいずれも好適に使用されるが、本発明においては気孔率が $30\%$ 以上のものをいう。気孔率が $30\%$ 未満であると気孔の形成能が不十分となる場合があるためである。中空粒子の気孔率が $40 \sim 80\%$ であると好ましく、さらに好ましくは $50 \sim 70\%$ である。

## 【0 0 0 9】

中空粒子は、Alおよび/またはSiの酸化物を主成分とすると、成分のガス化による気孔率の上昇、または成分の一部が固溶することによって耐酸化性を向上させる効果があるため好ましい。

中空粒子は、中空であれば外皮に相当する部分が緻密質でもよいし、多孔質で

もよい。また、中空粒子は、外形が球状粒子であると入手しやすいので好ましいが、球状粒子以外の粒子でも中空であればよい。

#### 【 0 0 1 0 】

中空粒子の平均粒子直径が  $30 \sim 200 \mu\text{m}$  であると、得られるフィルタの気孔率が大きく、しかも強度も確保されるため好ましい。中空粒子の平均粒子直径が  $30 \mu\text{m}$  未満であると、気孔形成への寄与が低下し、一方、平均粒子直径が  $200 \mu\text{m}$  を超えると得られるフィルタの強度が不十分であるため好ましくない。

#### 【 0 0 1 1 】

中空粒子の含有量としては、成形体中  $10 \sim 50\%$  である。含有量が  $15\%$  未満では、フィルタ機能を果たす気孔の割合が充分でなく、一方、含有量が  $50\%$  を超えるとフィルタの気孔率が大きくなるものの、充分な強度が得られない。

#### 【 0 0 1 2 】

金属酸化物中実粒子（以下、単に中実粒子という）としては、熱処理時に窒化ケイ素粒子に対して焼結助剤として機能するものであればいずれも好適に使用される。本製造法に用いる中実粒子が、Al、Ca、Sr、Ba、Y、Mg および Yb からなる群から選ばれる 1 種以上の金属の酸化物を主成分とするものであると、気孔を形成する窒化ケイ素部分は緻密な組織となり、かつ形成される多孔体は高強度となるため好ましい。

#### 【 0 0 1 3 】

中実粒子としては、最初から酸化物粒子でもよいが、熱分解後に酸化物粒子となるような有機金属化合物でもよい。これら中実粒子は、平均粒子直径が  $10 \mu\text{m}$  以下であると少ない添加量で効果が発揮されるため好ましい。成形体中の中実粒子の含有量が  $0.1\%$  未満では骨格となる窒化ケイ素マトリックスの組織が充分に緻密化できず高強度の多孔体を得ることができない。一方、含有量が  $5\%$  を超えると熱膨張係数の上昇や著しい多孔体の収縮を引き起こし、窒化ケイ素のもつ耐熱性を損なったり、焼結体の変形を伴うおそれがあり好ましくない。

#### 【 0 0 1 4 】

本製造法に用いる窒化ケイ素粒子は、平均粒子直径が  $1 \sim 30 \mu\text{m}$  である。窒化ケイ素粒子の平均粒子直径が  $1 \mu\text{m}$  未満であると、成形体作成中などに外気の

酸素や水分を吸着する量が増大し、窒化ケイ素粒子が酸化されて生成する二酸化ケイ素の量が大きくなりすぎる。また、窒化ケイ素粒子の平均粒子直径が $30\mu\text{m}$ を超えると、マトリックスが添加剤によって緻密化が進行しない。窒化ケイ素粒子の平均粒子直径が $1\sim 10\mu\text{m}$ であるとより好ましい。窒化ケイ素粒子の純度としては目的、用途に応じ適宜選択される。

## 【 0 0 1 5 】

本製造法において、中空粒子と中実粒子と窒化ケイ素粒子との含量は、成形体中 $90\%$ 以上である。中空粒子と中実粒子と窒化ケイ素粒子との含量が成形体中 $90\%$ 未満であると所望の特性のフィルタを得ることができない。

## 【 0 0 1 6 】

本製造法において、中空粒子と中実粒子と窒化ケイ素粒子との混合には、ボールミルやミキサなどの一般的な混合手段が使用でき、中空粒子と中実粒子と窒化ケイ素粒子とを含む成形体を作成する方法としては、一軸加圧成形、押出成形、鑄込成形などの通常のセラミックス成形法が適宜採用される。なお、成形に際して、有機バインダを加えてもよい。このような有機バインダとしては、ポリビニルアルコールまたはその変成物、デンプンまたはその変成物、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース、ポリビニルピロリドン、アクリル樹脂またはアクリル系共重合体、酢酸ビニル樹脂または酢酸ビニル系共重合体、等の有機物を使用できる。

## 【 0 0 1 7 】

前記成形体を熱処理する条件としては、窒素雰囲気下で熱処理する。熱処理条件としては、窒素雰囲気下で $1600\sim 1800^{\circ}\text{C}$ で $2\sim 5$ 時間保持することが好ましい。温度範囲が $1600^{\circ}\text{C}$ 未満であると窒化ケイ素粒子の焼結が進まないため好ましくなく、 $1800^{\circ}\text{C}$ を超えると窒化ケイ素粒子が分解するので好ましくない。保持時間が2時間未満であると粒子同士の結合が十分に進行しないため好ましくなく、一方、5時間を超えると、特に高温では、窒化ケイ素が分解しやすくなり好ましくない。

## 【 0 0 1 8 】

熱処理時の昇温速度は、成形体の大きさ、形状等により適宜選択されるが、脱

脂工程は分解したガスが大量に発生するため、50～200℃/hで行うのが好ましい。

ここで窒素雰囲気とは、実質的に窒素のみを含み酸素を含まない雰囲気をいうが、他の不活性気体を含んでいてもよい。窒素分圧は50 kPa以上が好ましい。

#### 【0019】

本製造法で得られる窒化ケイ素フィルタの気孔率は、30～80%であると好ましい。気孔率は、アルキメデス法により測定する。気孔率が30%未満であると圧力損失が大きくなるため好ましくなく、また気孔率が80%を超えると強度が低いため好ましくない。

#### 【0020】

本製造法で得られる窒化ケイ素フィルタの水銀圧入法で測定された平均細孔直径は、5～40  $\mu\text{m}$ であると好ましい。平均細孔直径が5  $\mu\text{m}$ 未満であるとフィルタ使用時の圧力損失が大きくなり好ましくない。平均細孔直径が40  $\mu\text{m}$ を超えるとディーゼルパティキュレートのような排気微粒子の捕捉除去がしにくくなるため好ましくない。

#### 【0021】

##### 【実施例】

以下に実施例（例1、例6～例8）と比較例（例2～例5、例9、例10）を示す。なお、細孔特性は、水銀ポロシメータ（ユアサアイオニクス社製、商品名：AutoSCAN-33）で測定し、熱膨張係数は、室温から1000℃までの範囲で示差熱型熱膨張測定機（リガク社製、商品名：TAS-100）により測定した。

#### 【0022】

##### 【例1】

平均粒子直径5  $\mu\text{m}$ の窒化ケイ素粒子68質量部に平均粒子直径75  $\mu\text{m}$ のアルミナ系中実粒子（気孔率50%）30質量部、さらに平均粒子直径2  $\mu\text{m}$ のMgO中空粒子2質量部を添加しエタノールを分散媒として、ボールミル法によって30分間湿式混合して、最後に乾燥した。



## 【 0 0 2 3 】

得られた混合粒子を 6 0 m m × 6 0 m m のプレス金型に充填し、成形圧 2 0 M P a で一軸加圧成形した。成形後、電気炉中、窒素雰囲気下で、室温から 1 0 0 0 ° C までを 1 0 0 ° C / h で昇温し 1 0 0 0 ° C で 2 時間保持した後、1 0 0 0 ° C から 1 7 6 0 ° C までを 3 0 0 ° C / h で昇温し 1 7 6 0 ° C で 4 時間保持して熱処理した。

## 【 0 0 2 4 】

得られた焼結体は気孔率 5 0 %、平均細孔直径 2 0 μ m であった。この多孔体について X 線により結晶相を同定したところ窒化ケイ素のみが認められた。多孔体の組織は、マトリックス部分は緻密化が進行しており、中空粒子によって形成された球状の気孔が均一に分散しているのが認められた。この多孔体について熱膨張係数を測定したところ、室温から 1 0 0 0 ° C までの範囲で  $3.0 \times 10^{-6} / ^\circ \text{C}$  と低熱膨張であった。また、焼結体から 4 m m × 3 m m × 4 0 m m サイズの曲げ試験片を切り出し、スパン 3 0 m m の 3 点曲げ強度を室温で測定した。荷重印加速度は、0.5 m m / 分とした。その結果、曲げ強度が 7 0 M P a と高強度であった。

## 【 0 0 2 5 】

## 〔例 2 (比較例)〕

例 1 において、窒化ケイ素粒子を 6 8 質量部から 4 3 質量部に、アルミナ系中空粒子の添加量を 3 0 質量部から 1 1 0 質量部に変更する他は例 1 と同様にした。得られた焼結体は気孔率 8 5 %、平均細孔直径 4 5 μ m であった。多孔体の組織は、マトリックス部分は緻密化が進行しており、中空粒子によって形成された球状の気孔が均一に分散しているのが認められた。この多孔体について、例 1 と同様に X 線回折、熱膨張係数測定および 3 点曲げ強度測定を行った。その結果、結晶相の同定としては、窒化ケイ素以外にアルミナのピークが認められた。また、熱膨張係数は室温から 1 0 0 0 ° C までの範囲で  $5.3 \times 10^{-6} / ^\circ \text{C}$  と高熱膨張であった。室温での 3 点曲げ強度は 3 M P a であった。

## 【 0 0 2 6 】

## 〔例 3 (比較例)〕

例 1 において、窒化ケイ素粒子を 6 8 質量部から 6 2 質量部に、MgO 中実粒子の添加量を 2 質量部から 8 質量部に変更する他は例 1 と同様にした。得られた焼結体は気孔率 2 0 %、平均細孔直径  $8 \mu\text{m}$  であった。この多孔体について、例 1 と同様に X 線回折、熱膨張係数測定および 3 点曲げ強度測定を行った。その結果、結晶相の同定としては、スピネル ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ) ピークが認められた。また、熱膨張係数は室温から  $1000^\circ\text{C}$  までの範囲で  $4.0 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$  であった。室温での 3 点曲げ強度は  $250 \text{ MPa}$  であった。なお、得られた焼結体は、組織はマトリックス部分は緻密化が進行しており、中空粒子によって形成された球状の気孔が均一に分散していたが、著しい変形が観察された。これは、生成した液相により焼結が著しく進行したためと思われる。

## 【 0 0 2 7 】

## 〔例 4 (比較例)〕

例 1 において、窒化ケイ素粒子の平均粒子直径を  $5 \mu\text{m}$  から  $50 \mu\text{m}$  に変更する他は例 1 と同様にした。得られた焼結体は気孔率 7 5 %、平均細孔直径  $40 \mu\text{m}$  であり組織の焼結、緻密化は全く進行していなかった。この多孔体について、例 1 と同様に X 線回折、熱膨張係数測定および 3 点曲げ強度測定を行った。その結果、結晶相の同定としては、窒化ケイ素とアルミナのピークが認められた。また、熱膨張係数は室温から  $1000^\circ\text{C}$  までの範囲で  $4.0 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$  と低熱膨張であった。室温での 3 点曲げ強度は、 $6 \text{ MPa}$  と低強度であった。

## 【 0 0 2 8 】

## 〔例 5 (比較例)〕

例 1 において、窒化ケイ素粒子を金属シリコンに変更する他は例 1 と同様にした。この多孔体について、例 1 と同様に X 線回折、熱膨張係数測定および 3 点曲げ強度測定を行った。その結果、得られた焼結体は気孔率 7 0 %、平均細孔直径  $45 \mu\text{m}$  であった。また結晶相を同定したところ、窒化ケイ素のピークが認められた。この多孔体について熱膨張係数を測定したところ、室温から  $1000^\circ\text{C}$  までの範囲で  $3.1 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$  と低熱膨張であった。しかし、多孔体の組織は、多孔質な窒化ケイ素組織の内部に中空粒子によって形成された球状の気孔が均一に分散した組織となっており、室温での 3 点曲げ強度は  $5 \text{ MPa}$  と低強度であっ

た。

# 【 0 0 2 9 】

## 〔例 6〕

平均粒子直径  $5\text{ }\mu\text{m}$  の窒化ケイ素粒子 72 質量部に、中空粒子として平均粒子直径  $100\text{ }\mu\text{m}$  のシリカ中空粒子（気孔率 70 %）35 質量部、 $\text{Y}_2\text{O}_3$  中実粒子 3 質量部を添加し、ミキサによって 30 分間乾式混合した。得られた混合粒子を例 1 と同様にして一軸加圧成形した。成形後、電気炉中、窒素雰囲気下で、室温から  $500^\circ\text{C}$  までを  $100^\circ\text{C}/\text{h}$  で、 $500^\circ\text{C}$  から  $1600^\circ\text{C}$  までを  $300^\circ\text{C}/\text{h}$  で昇温し  $1600^\circ\text{C}$  で 5 時間保持して焼結した。

# 【 0 0 3 0 】

得られた焼結体は、気孔率 60 %、平均細孔直径  $30\text{ }\mu\text{m}$  であった。多孔体の組織は、マトリックス部分は緻密化が進行しており、中空粒子によって形成された球状の気孔が均一に分散しているのが認められた。この多孔体について X 線により結晶相を同定したところ窒化ケイ素のみが認められ、熱膨張係数を測定したところ、室温から  $1000^\circ\text{C}$  までの範囲で  $3.1 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$  と低熱膨張であり、室温での 3 点曲げ強度は 60 MPa と高強度であった。

# 【 0 0 3 1 】

## 〔例 7〕

平均粒子直径  $10\text{ }\mu\text{m}$  の窒化ケイ素粒子 67 質量部に、平均粒子直径  $45\text{ }\mu\text{m}$  のムライト系ガラス中空粒子（気孔率 50 %）30 質量部、 $\text{Yb}_2\text{O}_3$  中実粒子 3 質量部を添加し、さらにエタノールを分散媒として添加し、ボールミル法によって 30 分間湿式混合して、最後に乾燥した。得られた混合粒子を例 1 と同様に一軸加圧成形した。成形後、電気炉中、窒素雰囲気下で、室温から  $1100^\circ\text{C}$  までを  $200^\circ\text{C}/\text{h}$  で昇温し  $1100^\circ\text{C}$  で 2 時間保持した後、 $1100^\circ\text{C}$  から  $1700^\circ\text{C}$  までを  $60^\circ\text{C}/\text{h}$  で昇温し  $1700^\circ\text{C}$  で 5 時間保持して熱処理した。

# 【 0 0 3 2 】

得られた焼結体は気孔率 50 %、平均細孔直径  $15\text{ }\mu\text{m}$  であった。多孔体の組織は、マトリックス部分は緻密化が進行しており、中空粒子によって形成された球状の気孔が均一に分散しているのが認められた。この多孔体について熱膨張係

数を測定したところ、室温から1000℃までの範囲で $2.9 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ と低熱膨張であり、室温での3点曲げ強度は100MPaであった。

## 【0033】

## [例8]

平均粒子直径20 $\mu\text{m}$ の窒化ケイ素粒子63質量部に対し、平均粒子直径50 $\mu\text{m}$ のシリカーアルミナ系中空粒子（気孔率70%）35質量部、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 中実粒子2質量部を添加し、ミキサによって乾式混合した。この混合粒子100質量部に、10質量部のメチルセルロースと10質量部のイオン交換水を加えてニーダで充分混練して押出成形用坯土を作製後、押出成形した。得られた押出成形体を温風乾燥機によって乾燥後、電気炉中、窒素雰囲気下で、室温から800℃までを50℃/hで昇温し800℃で2時間保持した後、800℃から1700℃までを60℃/hで昇温し1700℃で5時間保持して熱処理した。

## 【0034】

得られた焼結体は気孔率60%、平均細孔直径18 $\mu\text{m}$ であった。多孔体の組織は、マトリックス部分は緻密化が進行しており、中空粒子によって形成された球状の気孔が均一に分散しているのが認められ、X線により結晶相の同定を行ったところ窒化ケイ素のみが認められた。さらにこの多孔体について熱膨張係数を測定したところ、室温から1000℃までの範囲で $2.9 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ と低熱膨張であった。室温での3点曲げ強度は、60MPaであった。

## 【0035】

## [例9（比較例）]

平均粒子直径2 $\mu\text{m}$ の窒化ケイ素粒子93質量部に、平均粒子直径2 $\mu\text{m}$ の $\text{Y}_2\text{O}_3$ 中実粒子5質量部と平均粒子直径1.5 $\mu\text{m}$ の酸化アルミニウム中実粒子2質量部を添加した。さらに、外掛で50質量部のイオン交換水と粒子に対して外掛で0.1質量部のポリカルボン酸系分散剤を添加してスラリーを作製した。スラリー中に60mm×60mm×30mmのポリウレタン発泡樹脂体を浸漬させ、真空下で脱泡したのち、ポリウレタン発泡樹脂体を取り出し乾燥させた。

## 【0036】

乾燥後、電気炉で1800℃、4時間、窒素雰囲気下で焼結した。焼結後、得

られた窒化ケイ素フィルタは気孔率75%であったが、形成された平均細孔直径は100 $\mu$ mと大きな気孔が形成されており、また室温での3点曲げ強度も8MPaと低強度であった。また、X線回折により結晶相の同定を行ったところ、窒化ケイ素のピーク以外に炭化ケイ素のピークが認められた。

## 【0037】

## 【例10（比較例）】

トルエン中に、平均粒子直径1 $\mu$ mの窒化ケイ素粒子100質量部とポリシラザン300質量部を加えて充分攪拌してスラリーを作製した。作製したスラリーを乾燥後、得られた粒子を解砕し、さらに整粒して成形体用粒子とした。例1と同様に一軸加圧成形した後、100MPaで静水間加圧成形（CIP）した。成形後、室温から500℃までを6℃/hで昇温し、500℃から1200℃までを300℃/hで昇温し、1200℃で6時間保持した後、さらに1200℃から1400℃までを100℃/hで昇温し、1400℃で4時間保持して、熱処理した。

## 【0038】

得られた焼結体は気孔率87%、平均細孔直径35 $\mu$ mであった。焼結体の各所に10 $\mu$ m程度の亀裂が各所に存在した。この多孔体についてX線により結晶相の同定を行ったところ窒化ケイ素とムライトの存在が認められた。この多孔体について室温での3点曲げ強度を測定したところ、5MPaと低強度であった。

## 【0039】

## 【発明の効果】

本製造法により、高強度で耐熱性、耐食性および耐薬品性に優れた窒化ケイ素フィルタを容易に製造できる。本製造法によって得られる窒化ケイ素フィルタは、強度が従来のもものより高く、かつディーゼルパーティキュレートなどの捕集に適する平均細孔直径を有し、しかも気孔率も従来品に劣らないことから、フィルタ、特に、強度、耐熱性、耐食性、耐久性等が要求されるディーゼルパーティキュレートフィルタとして好適である。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 窒化ケイ素粒子を出発原料とし、高強度で、除塵や脱塵に最適な窒化ケイ素フィルタの製造法を提供する。

【解決手段】 平均粒子直径が $1 \sim 30 \mu\text{m}$ 以下である窒化ケイ素粒子 $45 \sim 85\%$ と金属酸化物中空粒子 $10 \sim 50\%$ と金属酸化物中実粒子 $0.1 \sim 5\%$ とを含み、かつ前記窒化ケイ素粒子と前記金属酸化物中空粒子と前記金属酸化物中実粒子との含量が $90\%$ 以上である成形体を窒素中で熱処理することにより窒化ケイ素フィルタを製造する。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000000044]

1. 変更年月日	1999年12月14日
[変更理由]	住所変更
住 所	東京都千代田区有楽町一丁目12番1号
氏 名	旭硝子株式会社